

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—12492

⑤ Int. Cl.³
G 01 N 1/00

識別記号
1 0 2

庁内整理番号
6430—2G

④ 公開 昭和55年(1980)1月29日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑭ 湿式化学分析のために固体試料溶液を調製する装置

① 特 願 昭54—85136

② 出 願 昭54(1979)7月6日

優先権主張 ③ 1978年7月6日 ③ 西ドイツ
(DE) ④ P 2829690.4

⑦ 発 明 者 フリッツ・ハーゲドルン
ドイツ連邦共和国ゼンデ6イ

① 出 願 人 ム・ブーヘンカムプ12
カリ・ヒエミー・アクチエンゲ
ゼルシャフト
ドイツ連邦共和国ハノーヴァー
・ハンス・ベックラー・アレー
20
④ 代 理 人 弁護士 ローランド・ゾンデル
ホフ 外1名

明 細 書

1 発明の名称

湿式化学分析のために固体試料溶液を調製する装置

2 特許請求の範囲

1. 付属の溶剤貯蔵槽と、大量のバッチから採取された分析すべき試料を溶解槽に配量するための配量装置とを有する溶解槽から構成される、湿式分析するための固体試料の溶液を調製するための装置において、配量装置が、試料を溶解槽に連続的に配量するベルト式配量装置(1)から形成され、かつ溶解槽が一定の溶剤流によつて貫流されるオーバーフロー槽(8)から形成されていることを特徴とする、湿式化学分析のために固体試料溶液を調製する装置

2. ベルト式配量装置(1)が分配制御されたベルト式配量装置(1)である、特許請求の範囲第1項記載の装置

3. ベルト式配量装置(1)が分配部材として

振動トラフ(4)及び該振動トラフの前方に配置されたオーバーフロー口(6)を有するホップ(5)を有している、特許請求の範囲第2項記載の装置

4. オーバーフロー槽(8)が少なくとも2個の室(10, 11)を有し、それぞれの室は溶解及び混合促進部材(12, 13)を具備している、特許請求の範囲第1～3項のいずれかに記載の装置

5. 溶解及び混合促進部材が撹拌機(12)及び/又は案内せき又はオーバーフローせき(13)から形成されている、特許請求の範囲第4項記載の装置

3 発明の詳細な説明

本発明は、付属溶剤貯蔵槽を有する溶解槽及び大量のバッチから採取された、分析すべき試料を溶解槽に配量するための配量装置から構成される、固体試料の溶液を湿式化学分析のために調製する装置に関する。

工程管理及び一制御及び最終生成物の検査の

範囲内で分析方法、特にオンライン分析方法が多数のプラント内でますます重要性を高めている。分析指示のより狭い領域ではその際生じる問題は既存の分析方法、例えば滴定、光分析、導電率分析、温度測定指示で克服することができる。かかる分析方法の自動化度もきわめて進歩している。これらすべての分析方法の前提は試料溶液の存在であり、これは固体試料を分析する場合に一般に困難である。特別な問題に適合させた、あるいはさもなければ広く市販されている剤を用いて、大量のバッチからその組成を十分に表わす試料を採取することが可能である。しかしかかる試料はその量については大きめにしか決定されない。手動の、したがって時間及び人員、したがって費用集約的な方法は別として、実地において試料又はその一部を精確に重量測定し、場合により残留する残分を廃棄しかつ重量測定された(部分)試料を定量的に好適な溶解容器中に移す問題は十分に解決されていない。

性のない、かつ粒径が十分に均一な試料についてのみ適することはさておき、構造、制御及び制御プログラムが複雑であり、したがって故障が起り易い。

したがって本発明の課題は、前記の装置を改良すること、特にその使用範囲を異なる粒径範囲を有する、ほこりつぽい及び／又は付着性の試料まで拡大し、多数のプログラム工程を回避し、かつ故障し易さを低下せしめることである。

該課題の解決は本発明によれば、配量装置が試料を溶解槽に連続的に配量するベルト式配量装置から構成され、かつ溶解槽が一定の溶剤流によつて貫流されるオーバーフロー槽から構成されることにより得られる。

ベルト式配量装置は試料分配装置から非連続的に供給される試料を連続的に一定流でオーバーフロー槽中に配量し、該オーバーフロー槽は一定の溶剤流により貫流され、かつ該槽から連続的に又はそれぞれ任意の時点で非連続的に所定の試料含量を有する溶液を採取し、かつ分析に

したがってこの問題を機械的、自動的な方法で解決する方法が欠如していた。

前記の装置は特に均一な、全く無塵の顆粒として存在するNPK-肥料の分析に知られているような解決である。このプログラムによつて制御される装置では試料分配装置から非連続的に供給され、大きめに測定されるにすぎない量の試料がホツバに送られ、該ホツバから振動トラフを介して横軸線を中心として角度 180° で旋回可能な、光学機械的に制御される傾斜型秤の秤量皿中に分配される。秤量皿中に所定量の(部分)試料が集まつたら直ちに、振動トラフが旋回して切り離され、秤量皿が 180° 旋回し、かつこれにより(部分)試料が溶解槽中に放下される、該槽中には予め溶剤槽から自動ピペットにより所定量の溶剤が装入されている。この中で試料は溶解され、試料溶液の一部を本来の分析のために取り出し、残量を棄て、かつ溶解槽を洗浄して、その後新しいサイクルを実施することができる。該装置が完全に無塵の、付着

供給することができる。試料、特に付着性の微粒分を含む試料はドクタを用いてベルト式配量装置のベルトコンベヤから定量的に掻き取り、かつオーバーフロー槽中に移送することができる。したがってベルト式配量装置は特別な困難なく異なる粒径範囲の試料を処理することができる。ベルト式配量装置では公知の傾斜型秤と異なり配量すべき物質の落下高度が数mmに達するにすぎないので実質的に塵発生が生じない。オーバーフロー槽中の一定の溶剤量は、もつとも簡略な場合には溶剤が水であり、かつ公共の導管網が十分な定圧を有する場合には公共水道に接続しかつ閉止弁を中間に接続することにより達成することができる。この条件が得られない場合には、オーバーフロー槽の上方の相応した高さに配置される貯蔵槽が十分であり、該貯蔵槽中で溶剤の液面は適当な手段、例えば一定量をオーバーフローさせる供給部により一定に保持され、かつ貯蔵槽は閉止弁を有する導管によりオーバーフロー槽と接続する。

ベルト式配量装置として有利に分配制御されるベルト式配量装置が利用される。分配部材として振動トラフを有するかかるベルト式配量装置はその制御装置と一緒に市販されている。振動トラフには有利にオーバーフローを有するホッパが前配置される。ホッパは試料分配装置から非連続的に供給される試料の中間貯蔵部として作用する。振動トラフは試料をホッパから取出し、かつ試料を配量ベルトに分配する。オーバーフローにより規定されるホッパの容量は有利に試料供給の間の時間内に振動トラフから取り出される試料の量よりも僅かに大きくし、したがってベルト式配量装置において非連続的な搬送が起らない。

試料の可溶性成分がオーバーフロー槽中で完全に溶解し、かつ溶剤と混合するのを保証するために、オーバーフロー槽は少なくとも2個の室に分かれている。その際ベルト式配量装置は上流に位置する室中に供給し、他方試料溶液は下流に位置する室から例えば自動ピペット、配

量ポンプ等を用いて、有利にはオーバーフロー口の近くで取り出される。有利には室中における溶解及び混合は適当な手段、攪拌機、案内せき又はオーバーフローせきによつて促進する。

試料が不溶成分を含有する場合には、相応する流れと接続する室内の流れ断面積の相応する形状により、不溶成分が沈積することを保証することができる。不溶成分は分析前に自体公知の連続濾過器を用いて採取された試料溶液から濾別することができる。

水の代わりに、例えば希釈された水性酸を溶剤として使用する場合には、オーバーフロー槽は有利には更に第三室を有し、その際流動方向で最初の室内に濃酸を、かつ第二の室中に初めて試料を配量する。試料溶液は通常最後の室から取り出される。

本発明による装置の使用可能性は、既知の K_2O -含量のカリ塩肥料中の K_2O -含量を連続的貫流方法で温度計指示により試験した。第1図のダイアグラムは異なる K_2O -含量、すなわ

ち K_2O 47.7%及び K_2O 60.2%の2種のカリ塩肥料の連続分析を示す。図表の目盛りは K_2O -含量0.32%に相応する。紙送りは20 cm/hに調節する。

分析結果の精度は K_2O 約60%の含量で95%の統計的確實性で一般に無水の $K_2O \pm 0.2\%$ よりも良好であつた。第1図のダイアグラムによる分析の場合には誤差は無水 $K_2O \pm 0.1\%$ であつた。

他の試料及び他の指示を用いる試験は類似のオーダの偏差を有する結果を予想させる。

第2図は本発明による装置のフローシートである。

第2図において、1はベルト式配量装置全体を示し、該ベルト式配量装置は主として案内ローラ2を中心として回転するベルトコンベヤ3、振動トラフ4及び図示しない駆動、秤量及び制御装置から構成されている。かかる分配を制御されるベルト式配量装置は市販されている(例えばクラインストードシールバントワーゲ

(Kleinst-Dosierbandwaage) EDB、フィルマ・ハンス・ベークルズ(Firma Hans Boeckels) GmbH & Co.社(アーヘン在)製)。ベルトコンベヤ3の回転速度は調節可能であるが、操作中は一定に保持される。制御は振動トラフ4の振動振幅を介して実施する。

振動トラフ4の供給端部の上方にオーバーフロー口6を有するホッパー5が配置される。ホッパーは常用の試料分配装置から非連続的に供給される試料の中間貯蔵部として働く。

ベルトコンベヤ3の放出端部の下方には全体を8で示される溶解—もしくはオーバーフロー槽が配置される。オーバーフロー槽はオーバーフローせき9によつて2つの室10及び11に分割されている。各室10、11は攪拌機12及び流動方向で攪拌機の後方に配置される案内せき13が設けられている。案内せき13はオーバーフロー槽の底部にまで浸漬されており、かつ大気中を通じるオーバーフロー口14により規定される溶剤面の上方まで達している。オ

オーバーフローせき9は有利にオーバーフロー14と同じ高度を有する。流動速度と結合して流路の相応する形状によつて試料の不溶成分が溶剤流によつて一緒に沈積されるように保証することができる。

オーバーフロー槽8は導管15を介して溶剤槽17と接続しており、導管15は16で上流に位置するオーバーフロー槽8の室10中に流入する。18で、例えば公共水道からの溶剤の不断の供給及びオーバーフロー口19により槽17中の溶剤が常に一定の高さにあるように配慮される。オーバーフロー槽8に流れる溶剤流は制御弁20により導管15中で制御することができる。

溶剤、試料及び試料溶液は矢印によつて示される道筋を通る。オーバーフロー槽8のオーバーフロー口14近くの21で試料溶液は、例えば図示していない自動ピペット、配量ポンプ等によつて取り出される。試料が不溶成分を含有する場合には21で取り出される試料溶液は分

析の前に自体公知の、図示していない連続的濾過器に導かれる。

装置の操作方法は次の通りである：

溶剤供給口18を開いた後オーバーフロー槽8に溶剤を充填し、かつ溶剤流を20で所定の値で制御する。その後又は多かれ少なかれ同時に攪拌機12及びベルト式配量装置1を作動させ、かつその供給率を所定の値で制御する。装置をこのようにして準備した後図示していない試料分配装置により最初の試料を7で供給することができる。例えば製造工程の制御のために常時監視の下に供給される試料を有利にはベルト式配量装置の供給率よりも若干多くして試料溶液中に非連続が起きないようにする。

オーバーフロー槽中に試料の配量開始後短かい変動の後に試料溶液を分析のために21で採取することができる。

分析を間歇的にする場合には、相応する時間的間隔で各試料を供給すれば十分である。連続的な貫流分析の場合には第3図によるダイヤグ

ラムから得られる。

その浄化・浮遊の制御のために考えた場合の、カリ塩肥料中の前記の K_2O -測定では、試料分配装置は5分毎に塩約600gを供給した。ホツバ5のオーバーフロー口6により規定されるホツバ5の収容力を約550gに調節した。ベルト式配量装置の供給率を塩100.0g/分に調節し、その結果塩最低50gが予備分としてホツバ中に残留する。したがつてそれぞれ後続の試料のうち、塩約100gがオーバーフロー口6を経て放出される。オーバーフロー槽8における貫流速度を500.0ml/分に調節し、その結果試料溶液は試料0.2g/mlの濃度を有していた。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による装置を用いて調製された試料の連続分析結果のダイヤグラムであり、第2図は本発明による装置のフローシートであり、第3図は試料を連続的に貫流分析した際に得られたダイヤグラムである。

1…ベルト式配量装置、4…振動トラフ、5…ホツバ、6…オーバーフロー口、8…オーバーフロー槽、10、11…室、12、13…溶解及び混合促進部材

代理人 弁護士 ローランド・ゾンデルホフ、
(ほか1名)

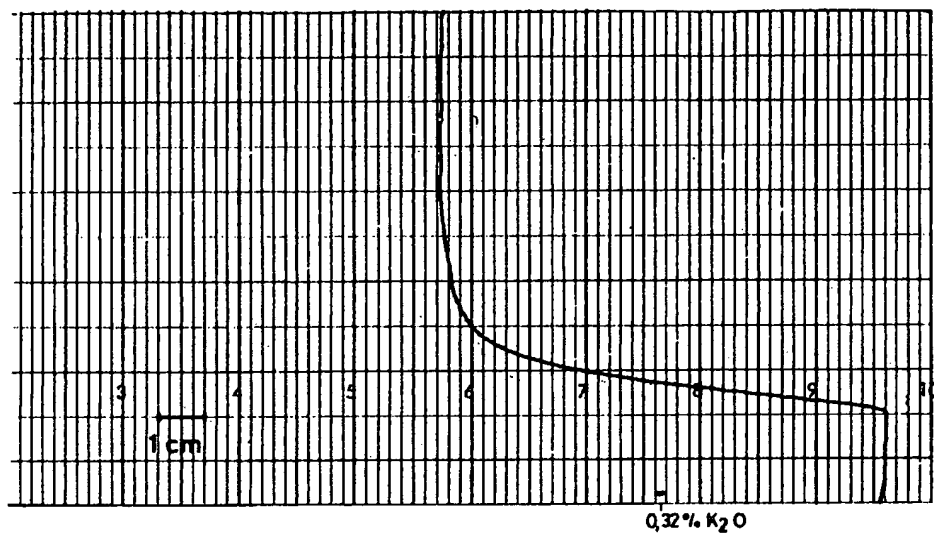


FIG. 1

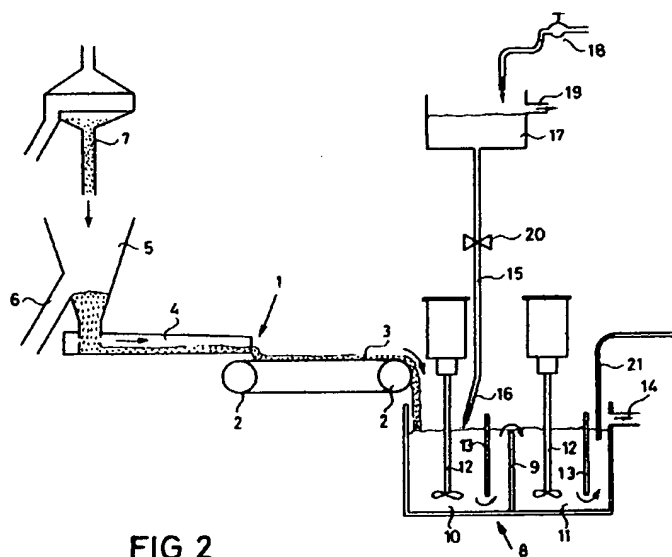
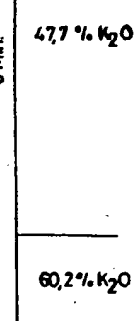


FIG. 2

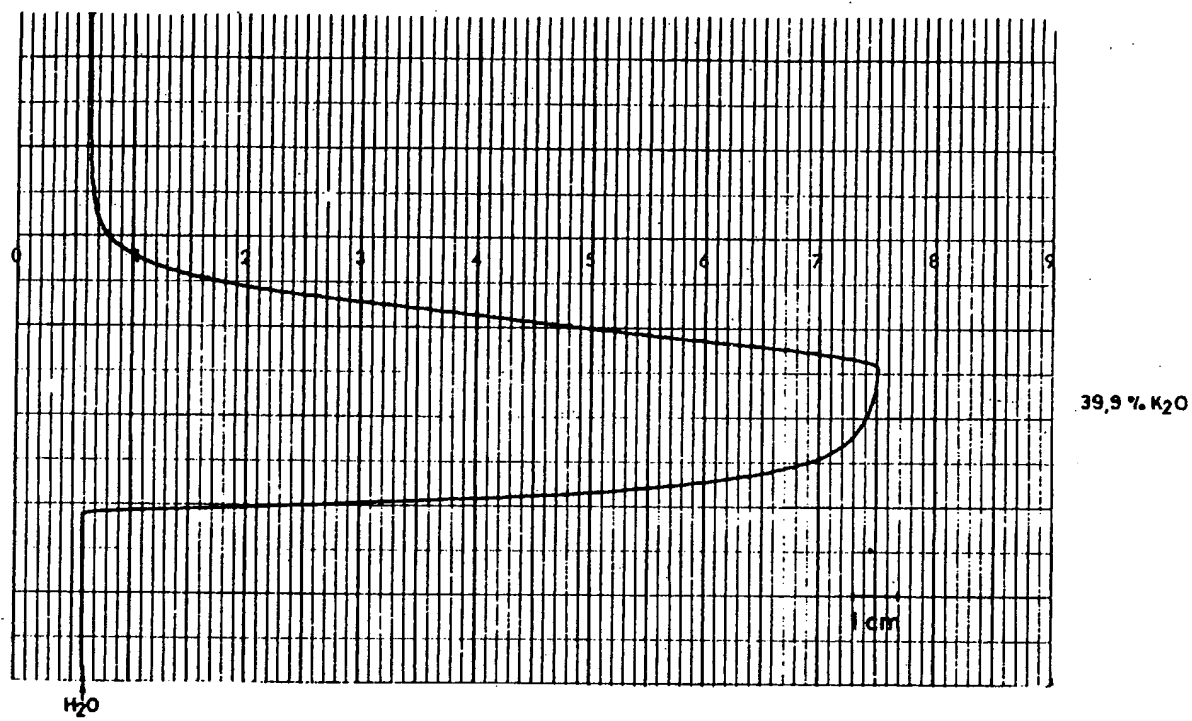


FIG. 3